

Helsinki 11.5.2004

ETUOIKEUSTODISTUS  
P R I O R I T Y D O C U M E N T

RECD 27 MAY 2004

WIPO

PCT



Hakija  
Applicant

Stora Enso Oyj  
Helsinki

Patentihakemus nro  
Patent application no

20030522

Tekemispäivä  
Filing date

07.04.2003

Kansainvälinen luokka  
International class

D21C

Keksinnön nimitys  
Title of invention

"Alkalisen pesunesteen puhdistaminen"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä  
Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä,  
patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the  
description, claims, abstract and drawings originally filed with the  
Finnish Patent Office.

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

*Markkula Tehikoski*  
Markkula Tehikoski  
Apulaistarkastaja

Maksu : 50 €  
Fee : 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001  
Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No.  
1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and  
Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500 Telefax: 09 6939 5328  
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500 Telefax: + 358 9 6939 5328  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

BEST AVAILABLE COPY

## Alkalisen pesunesteen puhdistaminen

Keksintö kohdistuu menetelmään alkalisen nesteen pesemiseksi. Tarkemmin kyseessä on menetelmä uuteaineiden ja metallien poistamiseksi alkalisesta nesteestä 5 sulfaattiselluloosatehtaan pesemöllä.

Sulfaattiselluloosamassan valmistuksessa uusien tuotannoltaan mittavien kuitulinjojen yhdeksi ongelmaksi on muodostunut pihkaperäisten ainesten ja eri metallien haitallinen vaikutus massan tuotannossa kuitulinjojen sulkemisasteen kasvun ja vesimääärän vähentämisen myötä. Uuteaineet aiheuttavat haitallisia tarttumia laitteistojen pintoihin. Lisäksi pihkaperäiset ainekset aiheuttavat ajettavuus- ja laatuongelmia 10 paperi- ja kartonkikoneilla. Tietty metallit muodostavat sopivissa olosuhteissa saostumia ja ovat haitallisia massanvalmistusprosessin kannalta.

On tunnettua, että uuteaineita ja metalleja voidaan poistaa flokkaamalla tai saostamalla. Nämä tunnetut menetelmät toimivat tehokkaimmin neutraaleissa tai happamissa olosuhteissa. Sulfaattiselluloosamassan pesussa pH:n pudottaminen neutraalille tai happamalle alueelle aiheuttaa kuitenkin jäännösligniinin epätoivottuja reaktioita, mikä on esteenä tunnettujen menetelmien soveltamisessa käytäntöön. 15

Tunnettuja menetelmiä alkalisen nesteen pesemiseksi on useita. Eräs niistä on esitetty julkaisussa WO 88/04705. Siinä alkalista kuitumassaa pestään useissa 20 vaiheissa ja massan pH lasketaan ainakin yhdessä pesuvaiheessa niin alhaiseksi, että haitalliset ainesosat saadaan poistetuksi jollain tunnetulla menetelmällä kuitumassasta. Julkaisussa esitetyn menetelmän ongelmana ovat kuitenkin edellä mainitut epätoivotut reaktiot massan pH:n pudottamisen seurauksena.

Eräs toinen menetelmä on esitetty julkaisussa FI 52876. Siinä selluloosamassaa pestään monivaihepesulaitteistossa ja pesunestettä hapottamalla pudotetaan massan pH:ta pesun tehostamiseksi. Menetelmän tarkoituksesta on vaalentaa jätevettä, vähentää kuohaamista sihtiosastolla ja parantaa valkaisemattomien laatujen vaaleusastetta. Tälläkin menetelmällä massan pH laskee kokonaisuudessaan alhaiseksi ja sen seurauksena massassa esiintyy epätoivottuja reaktioita. 25

30 Keksinnön mukaisella menetelmällä pyystytään tehostamaan sulfaattiselluloosamassan pesua ja poistamaan tehokkaasti uuteaineita ja metalleja ilman, että päävirran pH-taso laskee liian alhaiseksi ja aiheuttaa muita ongelmia prosessiin. Keksinnön

mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista se, mitä on itsenäisen patenttivaatimuksen tunnusmerkkiosassa esitetty.

Edellä mainitut edut saavutetaan jakamalla alkalinen suodos kahteen osavirtaan, joista toisen pH-taso pudotetaan uuteaineiden ja metallien poiston kannalta optimaa-

5 liselle tasolle ja palauttamalla puhdistettu osavirta takaisin prosessiin. Tällöin päävirran pH-taso säilyy riittävän korkealla eikä edellä kuvattuja ongelmia esiinny. Tämä alkalisen suodoksen jako osavirtoihin tapahtuu edullisimmin pesemön viimeisten vaiheiden suodoksilla, joiden jäännösligniini- ja alkalikonsentraatiot ovat alhaiset.

10 Varsinainen alkalisen suodoksen pH:n säätö voidaan tehdä esimerkiksi hiilidioksidilla ( $\text{CO}_2$ ) tai mineraalihapoilla. Hiilidioksidin käyttö pH:n säädössä osavirralle ei aiheuta muutoksia prosessin kemikaalitaseessa.

Keksinnön edullisille sovellusmuodoille on tunnusomaista se, mitä on jäljempänä olevissa patenttivaatimuksissa esitetty.

15 Keksintöä selostetaan seuraavassa yksityiskohtaisemmin esimerkkien avulla viitaten kuviin, joissa

kuva 1 esittää prosessia vuokaaviona,

kuva 2 esittää kaaviokuvana massavirran jakamista kuvan 1 mukaisessa prosessissa, ja

20 kuva 3 esittää taulukkona menetelmällä saavutettavat reduktiot

Kuvassa 1 on ensimmäinen massavirta 1, joka tulee ensimmäiselle pesulaitteelle 101. Ensimmäiseltä pesulaitteelta 101 lähee toinen massavirta 2 toiselle pesulaitteelle 102, joka voi olla viimeinen ruskeamassan pesulaite tai jokin muu pesemön pesulaite. Menetelmää voidaan soveltaa myös useammalla kuin yhdellä pesemön pesulaitteella.

25 Toinen massavirta 2 on yhdistelmä ensimmäisestä massavirrasta 1 ja prosessiyksiköstä 103 tulevasta nesteestä 12, jotka yhdistetään pesulaitteessa 101. Neste 12 toimii siten ensimmäisen pesulaitteen 101 pesunesteenä.

30 Toiselle pesulaitteelle 102 saapuu myös pesuneste 3, joka yhdistetään ensimmäiseltä pesulaitteelta 101 saapuvaan toiseen massavirtaan 2. Toisella pesulaitteella 102 toisesta massavirrasta 2 erotetaan pesunesteen 3 syrjäyttämä alkalinen suodos 4 ja

pesty kolmas massavirta 5 poistuu eteenpäin prosessissa. Massavirtaa 5 voidaan tarvittaessa mahdollisesti käsitellä vielä edelleen. Mikäli alkalinen suodos 4 sisältää paljon kuituja on suodos edullista suodattaa ennen jatkokäsittelyä kuituhäviöiden minimoimiseksi.

- 5 Toisessa pesulaitteessa 102 pestystä toisesta massavirrasta 2 erotettu alkalinen suodos 4 jaetaan kahteen osavirtaan 6 ja 7. Alkalisen suodoksen 4 jako voi tapahtua esimerkiksi 2/3 ensimmäiseen osavirtaan 6 ja 1/3 toiseen osavirtaan 7. Alkalisen suodoksen 4 toista osavirtaa 7 käsitellään prosessissa edelleen yhdistämällä siihen hapottavaa ainetta 8, kuten esimerkiksi hiilidioksidia ( $\text{CO}_2$ ) osavirran pH:n laskemiseksi. Suodoksen 4 toisen osavirran 7 pH voidaan laskea esimerkiksi tasolle 7 (neutraali pH), mikä on osavirran 7 jatkokäsittelyn kannalta optimaalinen. Hiilidioksidilta käsitelty osavirta 9 viedään nyt prosessiyksikköön 103. Hiilidioksidin käyttö pH:n säädössä ei aiheuta muutoksia prosessin kemikaalitaseeseen. Hiilidioksidin siasta voidaan hapottavana aineena käyttää esimerkiksi mineraalihappoja. Alkalisen suodoksen 4 ensimmäinen osavirta 6 kuljetetaan prosessissa eteenpäin käsittelemätömänä.

20 Pesulaitteelta 102 saatavan suodoksen 4 jako osavirtoihin 6 ja 7 voi tapahtua myös jossain muussa suhteessa kuin esitetyssä suhteessa 2:1, kuten esimerkiksi 5:1, 4:1, 3:1 tai 1:1. Prosessissa käytettävä jako osavirtoihin 6 ja 7 vaikuttaa suoraan poistetavan lietten 10, ja siten haitallisten ainesosien, määrään.

25 Prosessiyksikössä 103 osavirrasta 9 poistetaan uuteaineet, metallit ja muut haitalliset aineet käytäen joitain sinänsä tunnettuja menetelmiä (koagulointi, flokkaus, flotaatio, tms.). Kun osavirran 9 pH on noin 7 saavutetaan esimerkiksi flotaation kannalta optimaalinen tilanne prosessiyksikössä 103. Prosessiyksiköstä 103 poistetaan käsitellyssä syntynyt liete 10, joka sisältää haitalliset ainesosat. Puhdistettu osavirta 11 yhdistetään prosessiyksikön 103 jälkeen alkalisen suodoksen 4 ensimmäiseen osavirtaan 6, jolloin saadaan aikaan pesuneste 12, joka johdetaan pesulaitteelle 101. Alkalisen suodoksen 4 ensimmäisen osavirran 6 ja toisen osavirran 7 uudelleen yhdistämisessä syntyvä neste kierrätetään siis takaisin prosessiin ja sitä käytetään ensimmäisen pesulaitteen pesunesteenä 12. Pesunesteen 12 lisääminen massavirtaan 1 pesulaitteella 101 ei oleellisesti laske massavirran pH:ta eikä se näin aiheuta ongelmia, kuten jäännösligniinin epätoivottuja reaktioita. Pesuneste 12 syrjäyttää vastavasti pesulaitteella 101 suodoksen 13, jota voidaan mahdollisesti haluttaessa käsitellä vastaavasti kuin pesulaitteen 102 suodosta 4.

Kuvassa 2 on esitetty esimerkkinä eräs edullinen vaihtoehto sulfaattiselluloosasan pesusta. Siinä pesulaitteelle 102 saapuva massavirta 2 on kuvattu erillisinä osina kuidun 21 ja nesteen 22 osalta. Pesulaitteelle 102 saapuva massavirta 2 sisältää poistettavia ainesosia 6,80 kg/Adt. Pesulaitteelta 102 lähtevä pesuaineen syrjäytämä suodos 4 sisältää poistettavia ainesosia 4,20 kg/Adt ja pesty massavirta 5 vastaavasti 2,60 kg/Adt. Tällöin massavirran 5 kuidussa on uuteaineita n. 0,28 %. Suodoksesta 4 käsitellään tässä esimerkissä 1/3 prosessiyksikössä 103, minne saapuvassa nesteessä 9 on poistettavia ainesosia 1,388 kg/Adt. Käsittelyn jälkeen prosessista poistetaan 75 % prosessiyksikölle 103 saapuvista ainesosista eli 1,04 kg/Adt nuolen 10 mukaisesti. Käsittelemätön osa 6 (2/3) suodoksesta 4, jossa on haitallisia ainesosia 2,814 kg/Adt yhdistetään prosessiyksikössä 103 puhdistettuun osaan 11 ja palautetaan pesulaitteelle 101. Tässä esimerkissä pesulaitteen 101 pesunesteessä 12 on 3,16 kg/Adt haitallisia ainesosia.

Seuraavaksi esitetään käytännön esimerkki sulfaattisellutehtaan koivumassan alkali-15 sen suodoksen käsittelystä keksinnön mukaisella menetelmällä sillä saavutettavien reduktioprosenttien avulla. Ensimmäisessä tapauksessa on suodoksen 4 osavirtaa 7 hapotettu siten, että sen pH on laskettu tasolle 9,4 ja toisessa tapauksessa tasolle 7,0 kun alkuperäisen suodoksen 4 pH oli  $>10$ . Keksinnön mukaisella menetelmällä saavutetut tulokset on esitetty yhteenvetona kuvan 3 taulukossa. Reduktioprosentit, 20 kun nesteen pH oli 9,4, olivat rasvahapolle 0 %, hartsihapolle 13 %, calciumille 30 % ja magnaanille 21 %. Vastaavasti, kun nesteen pH laskettiin 7,0:aan, saatiin reduktioprosenteiksi rasvahapolle 86 %, hartsihapolle 66 %, kalsiumille 69 % ja magnaanille 75 %. Reduktioprosentit on laskettu prosessiyksikön 103 läpi kulkevasta osavirtauksesta (tuleva virta 9 ja poistuva virta 11) kun prosessiyksikössä on puhdistukseen käytetty flotaatio menetelmää.

Edellä esimerkkien avulla kuvatun menetelmän tarkoituksena on säilyttää massan päävirran pH entisellä tasolla ja poistaa prosessista haitalliset aineet laskemalla vain suodoksen osavirran pH alhaiselle tasolle sekä palauttaa puhdistettu suodos takaisin kiertoon päävirtaan. Laskemalla vain pieni osanvirran pH:ta ei vaikuteta oleellisesti koko massavirran pH arvoon, jolloin vältetään tunnetuissa menetelmissä syntyyvät ongelmat mm. jäänösligniinin osalta.

**Patenttivaatimukset**

1. Menetelmä alkalisen nesteen pesemiseksi sulfaattiselluloosatehtaan pesemöllä, joka menetelmä käsittää järjestyksessä seuraavat vaiheet:
  - ensimmäinen massavirta (1) ohjataan ensimmäiselle pesulaitteelle (101), missä ensimmäiseen massavirtaan (1) yhdistetään pesuneste (12),
  - ensimmäiseltä pesulaitteelta (101) ohjataan toinen massavirta (2) toiselle pesulaitteelle (102), missä toiseen massavirtaan (2) yhdistetään pesuneste (3),
  - toiselta pesulaitteelta (102) johdetaan pesty massavirta (5) eteenpäin prosessissa ja pesuaineen (3) syrjäyttämä suodos (4) kierrätetään takaisin prosessiin,
- 5 10 **tunnettu** siitä, että
  - toisella pesulaitteelta (102) pesunesteen (3) syrjäyttämä suodos (4) jaetaan ensimmäiseen osavirtaan (6) ja toiseen osavirtaan (7),
  - toisen osavirran (7) pH lasketaan alemaksi yhdistämällä toiseen osavirtaan (7) hapottavaa ainetta (8)
- 15 15 - hapotettu osavirta (9) johdetaan prosessiyksikköön (103), missä osavirrasta (9) ja koko prosessista poistetaan uuteaineita ja metalleja sisältävä liete (10)
  - prosessiyksikössä (103) käsitelty osavirta (11) yhdistetään ensimmäiseen osavirtaan (6) ja johdetaan takaisin prosessiin käytettäväksi ensimmäisen pesulaitteen (101) pesunesteenä (12).
- 20 20 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesulaitteelta (102) tuleva suodos (4) jaetaan ensimmäiseen osavirtaan (6) ja toiseen osavirtaan (7) suhteessa 1:1, 2:1, 3:1, 4:1 tai 5:1.
- 25 25 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että suodoksen (4) toisen osavirran (7) pH lasketaan välille 6-8.
- 25 4. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että suodoksen (4) toisen osavirran (7) pH lasketaan välille 6,5-7,5.
- 25 5. Patenttivaatimuksen 3 tai 4 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että hapottavaa aineena (8) käytetään hiilidioksidia, mineraalihappoja tai muita vastaaviaaineita.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että pesulaite (101) on viimeistä edellinen pesulaite ja pesulaite (102) on viimeinen pesulaite.
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että prosessiyksikössä (103) uuteaineet ja metallit poistetaan koaguloinnilla, flokkaamalla ja flotatiolla tai vastaavilla menetelmillä.

## Tiivistelmä

Menetelmä alkaisen nesteen pesemiseksi sulfaattiselluloo-satehtaan pesemöllä, jossa menetelmässä ensimmäinen massavirta (1) ohjataan ensimmäiselle pesulaitteelle (101), missä ensimmäiseen massavirtaan (1) yhdistetään pesunes-te (12). Ensimmäiseltä pesulaitteelta (101) ohjataan toinen massavirta (2) toiselle pesulaitteelle (102), missä toiseen massavirtaan (2) yhdistetään pesuneste (3). Toiselta pesu-laitteelta (102) johdetaan pesty massavirta (5) eteenpäin prosessissa ja pesuaineen (3) syrjäyttämä suodos (4) kierrätetään takaisin prosessiin siten, että toisella pesulaitteelta (102) pesunesteen (3) syrjäyttämä suodos (4) jaetaan ensimmäiseen osavirtaan (6) ja toiseen osavirtaan (7) ja toisen osavirran (7) pH lasketaan alemaksi yhdistää-mällä toiseen osavirtaan (7) hapottavaa ainetta (8). Hapotettu osavirta (9) johdetaan prosessiyksikköön (103), missä osavirrasta (9) ja koko prosessista poistetaan uuteaineita ja metalleja sisältävä liete (10) ja prosessiyksikössä (103) käsitelty osavirta (11) yhdistetään ensimmäiseen osavirtaan (6) ja johdetaan takaisin prosessiin käytettäväksi ensimmäisen pesulaitteen (101) pesunesteenä (12).

kuva 1.

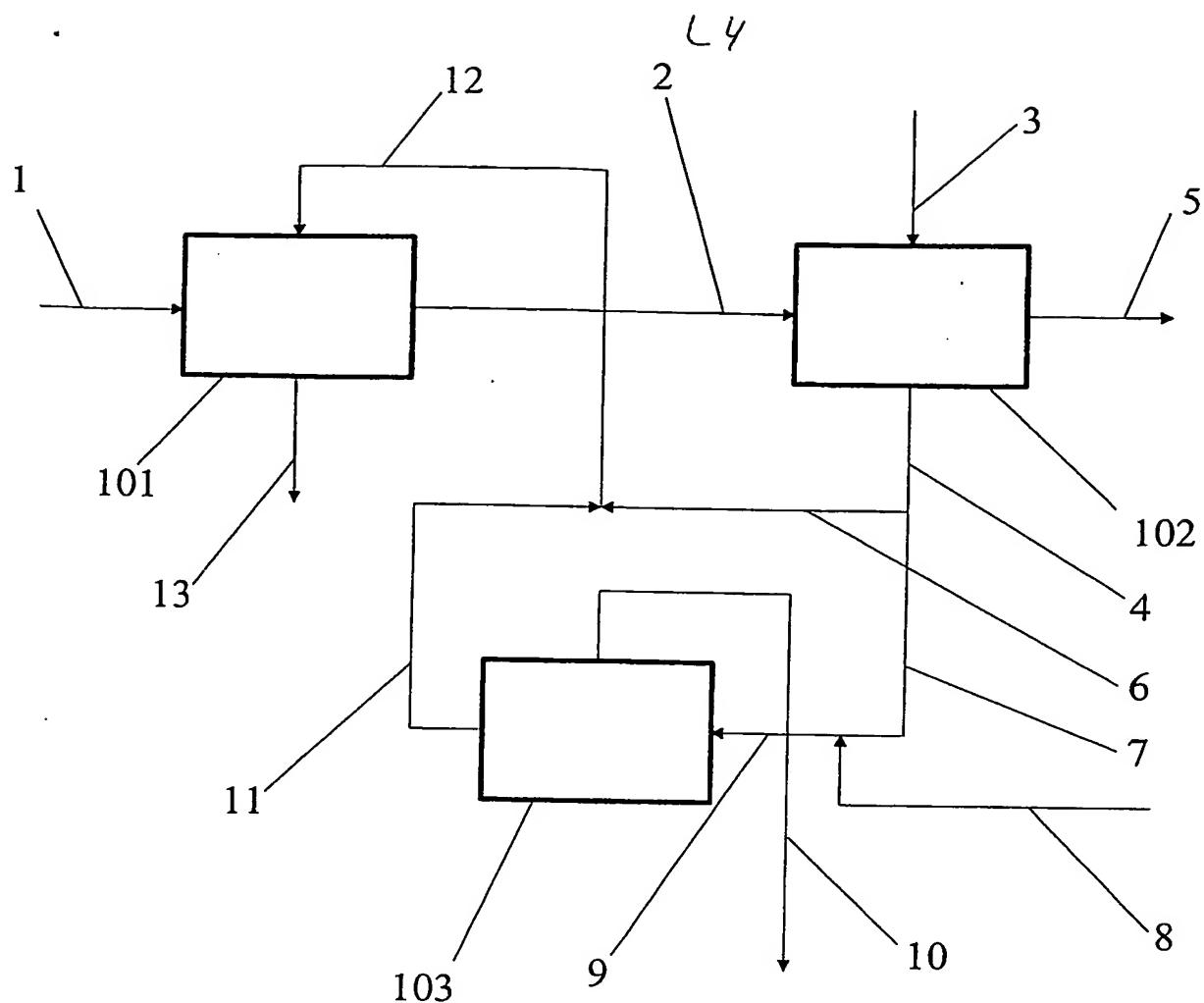


Fig. 1

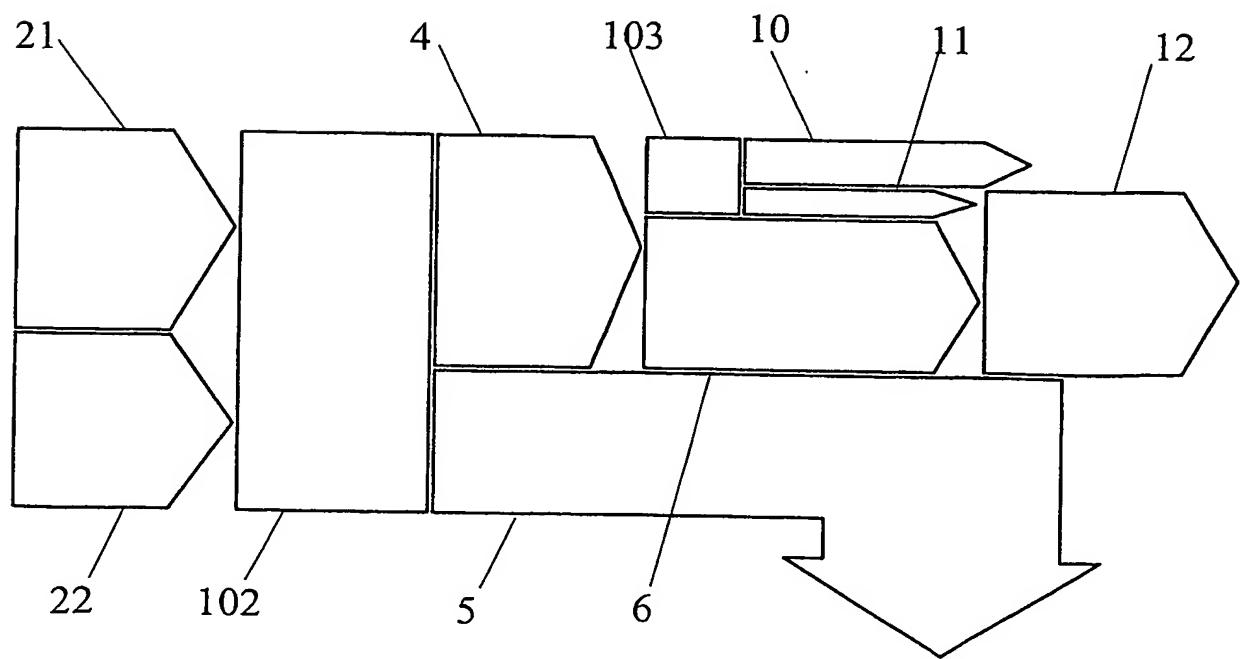


Fig. 2

Nesteen pH	Rasvahappo	Hartsihappo	Kalsium	Magnaani
9,4	0	13	30	21
7,0	86	66	69	75

Fig. 3

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT OR DRAWING
- BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- GRAY SCALE DOCUMENTS
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**  
As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox